

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 03006362
PUBLICATION DATE : 11-01-91

APPLICATION DATE : 02-06-89
APPLICATION NUMBER : 01139300

APPLICANT : ULVAC CORP;

INVENTOR : IGATA AKIKO;

INT.CL. : C23C 14/06

TITLE : SURFACE TREATMENT FOR STAINLESS STEEL BY ION IMPLANTATION METHOD

ABSTRACT : PURPOSE: To improve the wear resistance of stainless steel to a greater extent than a conventional one by carrying out surface treatment consisting of ion implantation in stainless steel in a nitrogen-containing gas atmosphere.

CONSTITUTION: At the time of implanting ions in a stainless steel to carry out surface treatment, ion implantation is carried out in a gaseous atmosphere containing nitrogen. This method is suitable for relatively soft stainless steels of low carbon content, and further, a gas of nitrogen alone, ammonia, etc., are used as the above nitrogen-containing gas, and also, B⁺, Ti⁺, N⁺, and C⁺ are cited as the above ions to be implanted. Moreover, the amount of ions implanted in the stainless steel is regulated to about $5 \times 10^{15} - 1 \times 10^{17}$ ions/cm² in an N₂ gas atmosphere in the case of SUS304 stainless steel, for example. By this method, an amorphous or crystalline compound phase of BN, TiN, etc., or a mixture phase is formed in the vicinity of the surface of the stainless steel, by which the wear resistance of the stainless steel can be improved to a greater extent.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

JP3006362

Publication Title:

SURFACE TREATMENT FOR STAINLESS STEEL BY ION IMPLANTATION METHOD

Abstract:

PURPOSE:To improve the wear resistance of stainless steel to a greater extent than a conventional one by carrying out surface treatment consisting of ion implantation in stainless steel in a nitrogen-containing gas atmosphere.

CONSTITUTION:At the time of implanting ions in a stainless steel to carry out surface treatment, ion implantation is carried out in a gaseous atmosphere containing nitrogen. This method is suitable for relatively soft stainless steels of low carbon content, and further, a gas of nitrogen alone, ammonia, etc., are used as the above nitrogen-containing gas, and also, B<+>, Ti<+>, N<+>, and C<+> are cited as the above ions to be implanted. Moreover, the amount of ions implanted in the stainless steel is regulated to about 5×10^{15} - 1×10^{17} ions/cm² in an N₂ gas atmosphere in the case of SUS304 stainless steel, for example. By this method, an amorphous or crystalline compound phase of BN, TiN, etc., or a mixture phase is formed in the vicinity of the surface of the stainless steel, by which the wear resistance of the stainless steel can be improved to a greater extent.

Data supplied from the esp@cenet database - <http://ep.espacenet.com>

⑫ 公開特許公報(A)

平3-6362

⑮ Int. Cl.⁹

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)1月11日

C 23 C 14/06

8722-4K

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全10頁)

⑭ 発明の名称 イオン注入法によるステンレス鋼の表面処理法

⑯ 特 願 平1-139300

⑰ 出 願 平1(1989)6月2日

⑱ 発 明 者	角 谷 透	茨城県つくば市花畑3-23-9
⑱ 発 明 者	松 浦 正道	茨城県北相馬郡藤代町清水28-72
⑱ 発 明 者	千 田 中 哉	茨城県つくば市春日4-13-30 明峰ハイッB-105
⑱ 発 明 者	伊 形 明 子	東京都中野区野方1-48-5-223
⑲ 出 願 人	日本真空技術株式会社	神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地
⑳ 代 理 人	弁理士 北村 欣一	外3名

明 細 書

1. 発明の名称

イオン注入法によるステンレス鋼の表面処理法

2. 特許請求の範囲

1. ステンレス鋼にイオンを注入してステンレス鋼の表面処理を行う方法において、イオンの注入を窒素を含むガス雰囲気中で行うことを特徴とするイオン注入法によるステンレス鋼の表面処理法。

2. ステンレス鋼にイオンを注入してステンレス鋼の表面処理を行う方法において、イオンの注入を炭素を含むガス雰囲気中で行うことを特徴とするイオン注入法によるステンレス鋼の表面処理法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、イオン注入法によるステンレス鋼の表面処理法に関する。

(従来技術)

従来、この種のイオン注入法によるステンレス鋼の表面処理法として、第5図示のようなイオン注入室a内的一方にステンレス鋼bを保持する基板ホルダーcを配置し、他方にイオンを発生させるイオン源と、該イオンを加速させる加速器を備えたイオンビーム源dを配置した装置を用い、ステンレス鋼に耐摩耗性を向上させるC、N、B、Ti、Ta等の元素、或いは該元素を含む化合物からイオンビーム源dのイオン源で必要元素のイオンを発生させ、該イオンを加速器で例えば300keVの高エネルギーに加速し、加速されたイオンビームを、基板ホルダーcに保持され、例えば冷却水の温度十数℃に冷却されたステンレス鋼bに注入(矢印e方向)して該ステンレス鋼の表面処理する処理法が知られている。

また、ステンレス鋼に耐摩耗性を向上させるため該ステンレス鋼へ注入するイオンに2種類以上の元素を用いる場合には、夫々の元素について前記イオン注入を繰り返している。

(発明が解決しようとする課題)

しかしながら、前記従来のイオン注入法によるステンレス鋼の表面処理法は、ステンレス鋼に耐摩耗性を向上させるための元素を全てイオンにしてからステンレス鋼に注入する必要があるため、2種類以上の元素を必要とする場合は、ステンレス鋼に対して各元素毎にイオン注入する必要がある処理効率が悪く、またステンレス鋼に注入するイオン量を 1×10^{17} ions/cm²以上と多量に必要とする問題がある。

また、更にステンレス鋼の耐摩耗性を向上させる表面処理法が要求されている。

本発明は、前記問題点を解消し、更にステンレス鋼の耐摩耗性を向上させるイオン注入法によるステンレス鋼の表面処理法を提供することを目的とする。

(課題を解決するための手段)

本発明は、前記目的を達成するイオン注入法によるステンレス鋼の表面処理法を提案するので、ステンレス鋼にイオンを注入してステン

レス鋼の表面処理を行う方法において、イオンの注入を窒素を含むガス雰囲気中で行うことを特徴とする。

窒素を含むガス雰囲気中でイオンを注入する本表面処理法は、SUS304に代表される低炭素含有量であって比較的軟らかなステンレス鋼に適している。

本表面処理法で用いる窒素を含むガスとしては、窒素(N₂)単独ガス、アンモニア

(NH₃)ガス等が挙げられる。また、窒素を含むガス雰囲気中でイオンを注入する際の該ガス圧力は、一般には $5 \times 10^{-4} \sim 3 \times 10^{-3}$ Pa程度に設定する。

また、窒素を含むガス雰囲気中でステンレス鋼に注入するイオンとしては、ホウ素(B⁺)、チタン(Ti⁺)、窒素(N⁺)、炭素(C⁺)等が挙げられる。また、ステンレス鋼に注入するイオン量は例えばSUS304ステンレス鋼の場合、N₂ガス雰囲気中で 5×10^{15} ions/cm² $\sim 1 \times 10^{17}$ ions/cm²程度とする。

- 3 -

また、もう一つのイオン注入法によるステンレス鋼の表面処理法は、ステンレス鋼にイオンを注入してステンレス鋼の表面処理を行う方法において、イオンの注入を炭素を含むガス雰囲気中で行うことを特徴とする。

炭素を含むガス雰囲気中でイオンを注入する本表面処理法は、SUS440Cに代表される高炭素含有量であって熱処理等を施して硬くして用いるステンレス鋼に適している。

本表面処理法で用いる炭素を含むガスとしては、アセチレン系炭化水素(例えばC₂H₂)ガス、メタン系炭化水素(例えばC₂H₆)ガス、芳香族系炭化水素(例えばC₆H₆, CH₄)ガス等が挙げられる。また、炭素を含むガス雰囲気中でイオンを注入する際の該ガス圧力は、一般には $5 \times 10^{-4} \sim 3 \times 10^{-3}$ Pa程度に設定する。

また、炭素を含むガス雰囲気中でステンレス鋼に注入するイオンとしては、チタン(Ti⁺)、タンタル(Ta⁺)、ホウ素(B⁺)、タン

グステン(W⁺)等が挙げられる。また、ステンレス鋼に注入するイオン量は例えばSUS440Cステンレス鋼の場合、アセチレン(C₂H₂)ガス雰囲気中で 5×10^{15} ions/cm² $\sim 1 \times 10^{16}$ ions/cm²程度とする。

(作用)

窒素を含むガス、或いは炭素を含むガスがステンレス鋼の表面に吸着し、同時に注入された高速のイオンビームにより、その一部はスパッタリング作用により該表面から離脱するが、ほとんどがイオンビームと共にステンレス鋼表面層内部に取り込まれる。これらイオンビームまたはガスの形でステンレス鋼の表面に導入された元素は相互に或いはステンレス鋼内の元素と反応して、ステンレス鋼表面層近傍にBN, TiN, TiC, TaC等の非晶質または結晶質の化合物相または混合相を形成する。

(実施例)

以下添付図面に従って本発明の実施例について説明する。

- 5 -

- 6 -

第1図は本発明表面処理法を実施する1例を示すもので、図中、イオン注入室を示す。該イオン注入室1内を外部の真空ポンプその他の真空排気系2に圧力調節弁3を介して接続すると共に、該イオン注入室1内に表面処理すべきステンレス鋼4を保持する基板ホルダー5を配置した。また、該イオン注入室1内の他方に前記基板ホルダー5に保持されたステンレス鋼4に対向させて窒素を含むガス、或いは炭素を含むガスを噴射するノズル6と、イオンを発生させるイオン源と、該イオンを加速させる加速器を備えたイオンビーム源7を配置した。そして真空排気系2を作動させてイオン注入室1内を所定の真空度に設定し、窒素を含むガス、或いは炭素を含むガスのガス供給源(図示せず)に連なるマスフローコントローラ8によって常に前記雰囲気ガスの所定量をノズル6からイオン注入室1内に導入(矢印9方向)し、イオン注入室1内を前記ガス雰囲気下にすると共に、ステンレス鋼4に注入すべき元素をイオンビ-

ーム源7で数keV~数100keVの高エネルギーに加速されたイオンビームとし、該イオンビームをステンレス鋼4に注入(矢印10方向)出来るようにした。

次に、前記装置を用いて窒素を含むガス雰囲気中でイオンを注入する表面処理法の場合の具体的実施例を比較例と共に説明する。

実施例1

先ず、イオン注入室1内の基板ホルダー5に厚さ2mmの材質SUS304ステンレス鋼4を保持した状態で該イオン処理室1内の圧力を真空排気系2を介して 1×10^{-3} Paに設定する。

次に、ノズル6より窒素(N_2)ガスを導入し、圧力調整バルブ3を調整して、該イオン注入室1内の圧力を 2×10^{-3} Paに保った状態で、イオンビーム源7で70keVの高エネルギーに加速されたホウ素(B^+)のイオンビームをイオン量 1×10^{17} ions/cdで、注入時間18分間ステンレス鋼4に注入してステンレス鋼4の表面処理を行った。

- 7 -

そして、表面処理されたステンレス鋼4を圧力 1×10^{-3} Paの真空中でボールオンディスク試験法で擦り、その表面に摩擦こんをつけた。

尚、ボールオンディスク試験法の試験条件は、材質SUS440Cステンレス鋼から成る直径10mmのボールベアリングを用い、荷重は0.2kg、速度は22cm/sec、時間は5分間、回数は1500回とした。

摩擦こんがつけられたステンレス鋼の表面を光学顕微鏡(倍率200倍)で観察し、その観察結果を第2図Aに示す。また、該表面を触針法で測定し、その測定結果を第2図Bに示す。

比較例1

イオン注入室1内を N_2 ガスを導入せずに真空雰囲気とし、また注入する B^+ のイオン量を 2×10^{17} ions/cdとした以外は前記実施例1と同様の方法でステンレス鋼の表面処理を行った。

そして、表面処理されたステンレス鋼の表面に前記実施例1と同様の方法で摩擦こんをつけ

- 8 -

た。

摩擦こんがつけられたステンレス鋼の表面を前記実施例1と同様に光学顕微鏡で観察し、その観察結果を第2図Cに示す。また、該表面を前記実施例1と同様に触針法で測定し、その測定結果を第2図Dに示す。

比較例2

表面処理を全く行わなかった材質SUS304ステンレス鋼の表面に前記実施例1と同様の方法で摩擦こんをつけた。

摩擦こんがつけられたステンレス鋼の表面を前記実施例1と同様に光学顕微鏡で観察し、その観察結果を第2図Eに示す。また、該表面を前記実施例1と同様に触針法で測定し、その測定結果を第2図Fに示す。

第2図から明らかなように、窒素ガス雰囲気中でステンレス鋼に B^+ イオンを注入する本発明の実施例1は、単に B^+ イオンを注入する従来法の比較例1、全く表面処理を行わなかった比較例2に比して表面の摩擦こんの荒れ(表

面の凹凸形状)が小さかった。従って本発明の実施例 1 は従来法の比較例 1 に比してステンレス鋼の耐摩耗性が更に向上することが確認された。

また、本発明の実施例 1 は従来法の比較例 1 に比してイオン量が少なくてもステンレス鋼の表面の耐摩耗性を向上させることが出来る。

次に前記装置を用いて炭素を含むガス雰囲気中でイオンを注入する表面処理法の具体的実施例を比較例と共に説明する。

実施例 2

先ず、イオン注入室 1 内の基板ホルダー 5 に厚さ 5 mm の材質 SUS 440C ステンレス鋼 4 を保持した状態で該イオン処理室 1 内の圧力を真空排気系 2 を介して 6×10^{-5} Pa に設定する。

次に、ノズル 6 よりアセチレン (C_2H_2) ガスを流量 0.5 SCCM で導入し、圧力調整バルブ 3 を調整して、該イオン注入室 1 内の圧力を 6×10^{-4} Pa に保った状態で、イオンビ

— 1 1 —

(Ta^+) とした以外は実施例 2 と同様の方法でステンレス鋼 4 に表面処理を行った。

そして、表面処理されたステンレス鋼の表面に前記実施例 2 と同様の方法で摩擦こんをつけた。

摩擦こんがつけられたステンレス鋼の表面を前記実施例 2 と同様に光学顕微鏡で観察し、その観察結果を第 3 図 C に示す。また、該表面を前記実施例 1 と同様に触針法で測定し、その測定結果を第 3 図 D に示す。

実施例 4

ステンレス鋼 4 に注入するイオンをタンゲテン (W^+) とした以外は実施例 2 と同様の方法でステンレス鋼 4 に表面処理を行った。

そして、表面処理されたステンレス鋼の表面に前記実施例 2 と同様の方法で摩擦こんをつけた。

摩擦こんがつけられたステンレス鋼の表面を前記実施例 2 と同様に光学顕微鏡で観察し、その観察結果を第 3 図 E に示す。また、該表面を

— 1 3 —

ーム源 7 で 10 keV の高エネルギーに加速されたチタン (Ti^+) のイオンビームをイオン量 5×10^{15} ions/cm² で、注入時間 3 分間ステンレス鋼 4 に注入してステンレス鋼 4 の表面処理を行った。

そして、表面処理されたステンレス鋼 4 を圧力 1×10^{-3} Pa の真空中でボールオンディスク試験法で擦り、その表面に摩擦こんをつけた。

尚、ボールオンディスク試験法の試験条件は、材質 SUS 440C ステンレス鋼から成る直径 10 mm のボールベアリングを用い、荷重は 0.4 kg、速度は 22 cm/sec、時間は 2 分間、回数は 1200 回とした。

摩擦こんがつけられたステンレス鋼の表面を光学顕微鏡 (倍率 50 倍) で観察し、その観察結果を第 3 図 A に示す。また、該表面を前記実施例 1 と同様に触針法で測定し、その測定結果を第 3 図 B に示す。

実施例 3

ステンレス鋼 4 に注入するイオンをタンタル

— 1 2 —

前記実施例 1 と同様に触針法で測定し、その測定結果を第 3 図 F に示す。

比較例 3

表面処理を全く行わなかった材質 SUS 440C ステンレス鋼の表面に前記実施例 2 と同様の方法で摩擦こんをつけた。

摩擦こんがつけられたステンレス鋼の表面を前記実施例 2 と同様に光学顕微鏡で観察し、その観察結果を第 3 図 G に示す。また、該表面を前記実施例 1 と同様に触針法で測定し、その測定結果を第 3 図 H に示す。

比較例 4

イオン処理室 1 内を C_2H_2 ガスを導入せずに真空雰囲気とし、また注入する Ta^+ のイオン量を 1×10^{17} ions/cm² とした以外は前記実施例 2 と同様の方法でステンレス鋼の表面処理を行った。

そして、表面処理されたステンレス鋼の表面に前記実施例 2 と同様の方法で摩擦こんをつけた。

— 1 4 —

摩擦こんがつけらステンレス鋼の表面を前記実施例 2 と同様に光学顕微鏡で観察し、その観察結果を第 3 図 I に示す。また、該表面を前記実施例 1 と同様に触針法で測定し、その測定結果を第 3 図 J に示す。

第 3 図から明らかなように、炭素を含むガス雰囲気中でステンレス鋼にイオンを注入する本発明法の実施例 2, 3, 4 は、全く表面処理を行わなかった比較例 3、単に Ta^+ イオンを注入する従来法の比較例 4 に比して表面の摩擦こんの荒れ（表面の凹凸形状）が極めて小さかった。従って本発明法の実施例 2, 3, 4 は従来法の比較例 4 に比してステンレス鋼の耐摩耗性が更に向上することが確認された。

また、本発明実施例 2, 3, 4 は従来法の比較例 4 に比してイオン量が少なくてもステンレス鋼の耐摩耗性を向上させることが出来る。

また、前記実施例 3 で表面処理を行ったステンレス鋼をオージェ電子分光法によりその表面層の元素分布を測定し、その結果を第 4 図に示

す。尚、横オージェ電子分光法での測定の際用いた Ar イオンのスパッタリング時間を示す。これはステンレス鋼の表面からの深さ方向に対応しており、スパッタリング時間 1 分間が深さ 2 nm に相当する。また、縦軸はステンレス鋼の表面からの各深さにおけるステンレス鋼の各元素の組成比を示す。

第 4 図から明らかなようにステンレス鋼の表面層付近に炭素が多く含まれていることが分かる。これは Ta^+ イオン注入の際雰囲気ガスである C_2H_2 ガス即ち炭素を含むガスより炭素が供給されたものであり、耐摩耗性の向上に大きく関与していることを示している。

前記実施例では 1 種類の雰囲気ガス中で 1 種類のイオンをステンレス鋼に注入する方法について説明したが、本発明はこれに限定されるものではない。複数の雰囲気ガスを用いる場合については、例えばアンモニアガスとアセチレンガスを雰囲気ガスとして供給し、 Ti^+ イオン注入を行い、ステンレス鋼の表面層に $TiCN$

- 15 -

の形成を行えばよい。また、複数のイオンを用いる場合については、例えば Ti^+ イオンと N^+ イオンをアセチレン (C_2H_2) ガス雰囲気中で注入し、ステンレス鋼の表面層に $TiCN$ の形成を行えばよい。また、複数の雰囲気ガスと複数のイオンを組み合わせるステンレス鋼にイオンを注入するようにしてもよい。

（発明の効果）

このように本発明によるときは、窒素を含むガス雰囲気中、或いは炭素を含むガス雰囲気中でステンレス鋼にイオンを注入するようにしたので、イオンビームまたはガスの形でステンレス鋼の表面に導入された元素は、相互に或いはステンレス鋼内の元素と反応して、ステンレス鋼表面層近傍に非晶質または結晶質の化合物相または混合相が形成されるので、ステンレス鋼の耐摩耗性を向上させることが出来、また、ステンレス鋼に 2 種類以上の元素を導入する場合 1 種類の元素のイオンの注入だけで表面処理が完了するので、従来法のような各元素毎のイオ

- 16 -

ンの注入を要しないから表面処理を効率よく行うことが出来、かつ従来法に比して少ないイオン量でステンレス鋼の耐摩耗性を向上させることが出来る等の効果を有する。

4. 図面の簡単な説明

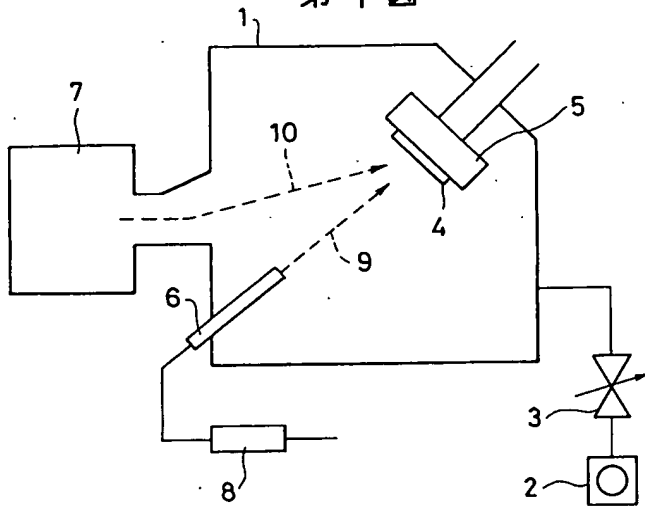
第 1 図は本発明イオン注入法によるステンレス鋼の表面処理法を実施するための装置の 1 例の断面図、第 2 図 A, C, E および第 3 図 A, C, E, G, I は本発明実施例および比較例におけるステンレス鋼の摩擦こんのこん跡写真、第 2 図 B, D, F および第 3 図 B, D, F, H, J は本発明実施例および比較例におけるステンレス鋼の摩擦こんの触針法による表面形状特性線図、第 4 図は本発明法で表面処理されたステンレス鋼のオージェ電子分光法による表面層の元素分布の特性線図、第 5 図は従来法のステンレス鋼の表面処理法を実施するための装置の断面図である。

特許出願人 日本真空技術株式会社
代理人 北村 欣一 外 3 名

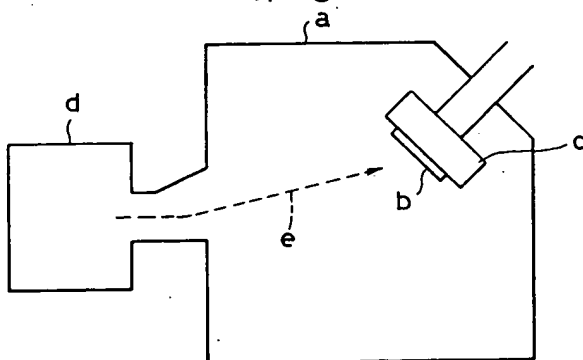
- 17 -

- 18 -

第 1 図

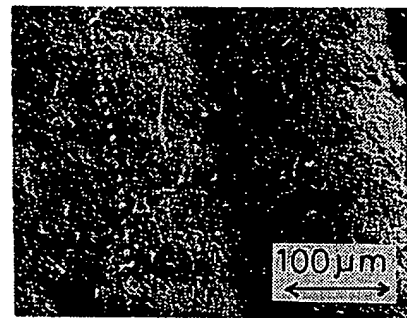


第 5 図

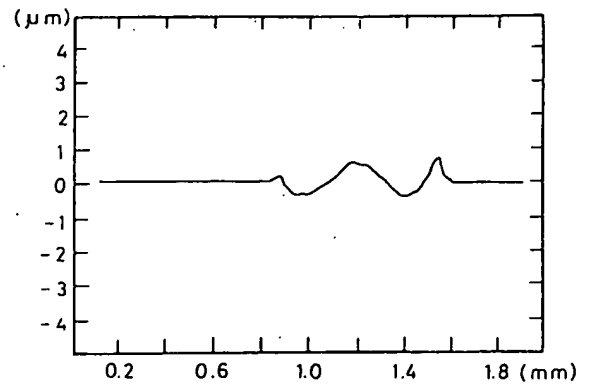


第 2 図

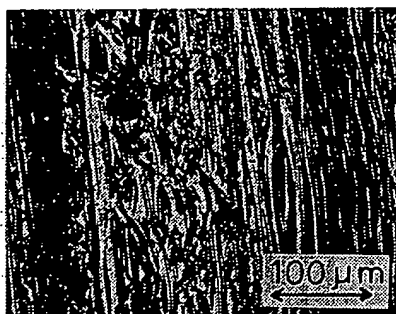
A



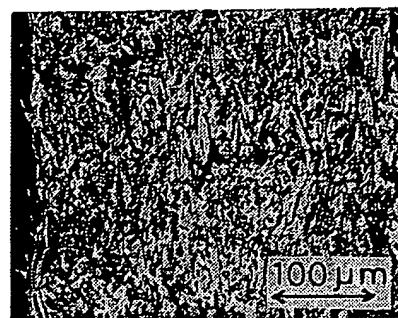
B



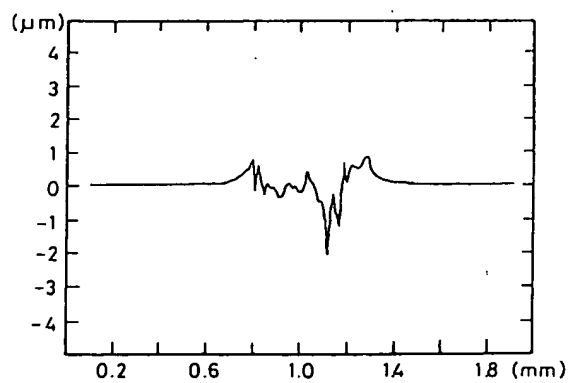
第 2 図
C



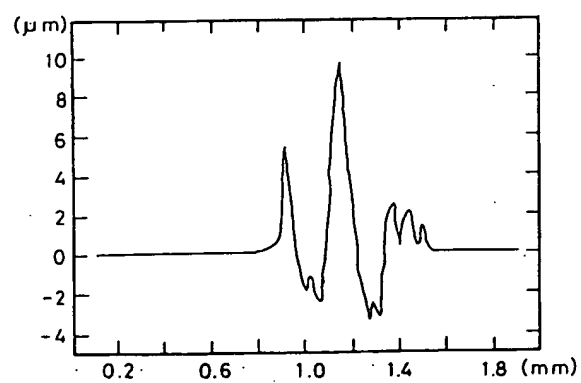
第 2 図
E



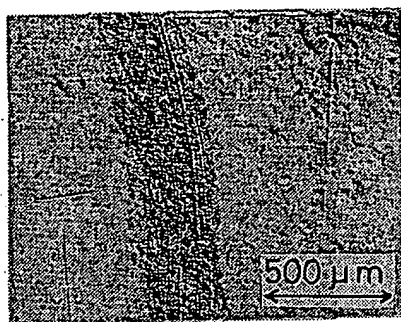
D



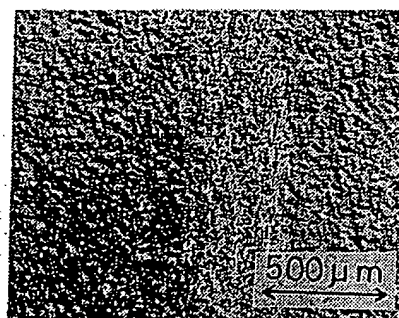
F



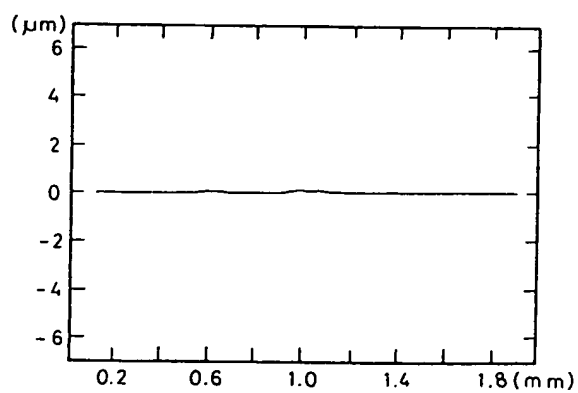
第 3 図
A



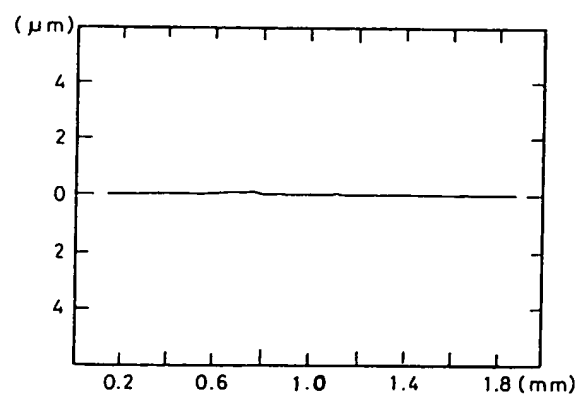
第 3 図
C



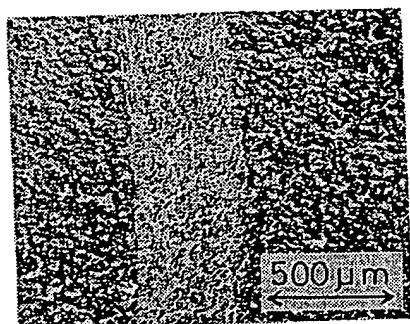
B



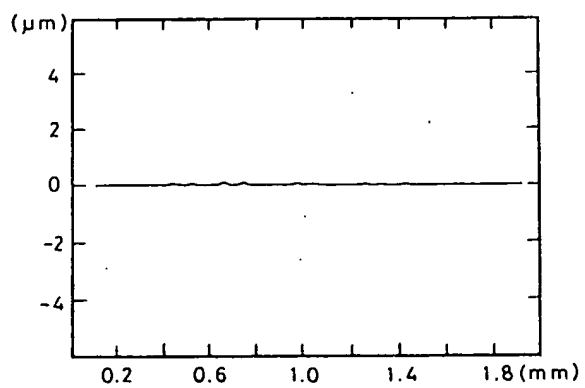
D



第 3 図
E



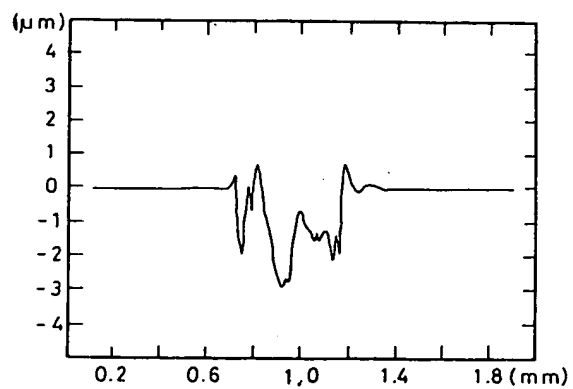
F



第 3 図
G



H

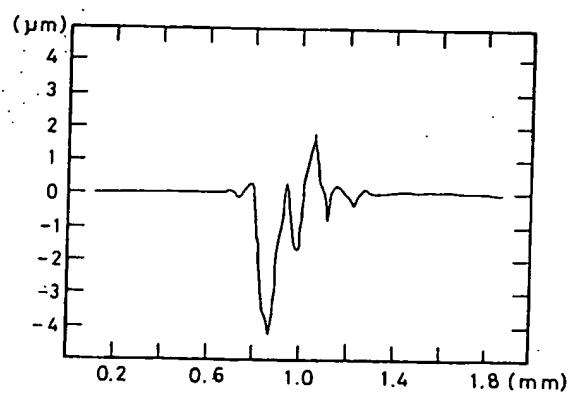


第 3 図

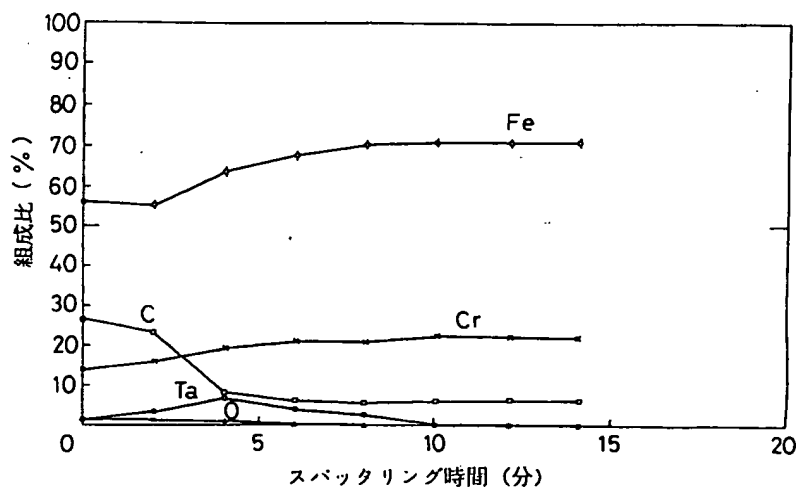
I



J



第 4 図



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☒ FADED TEXT OR DRAWING

☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.